

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-100203

(43)Date of publication of application : 16.04.1996

(51)Int.Cl.

B22F 3/02

C22C 1/04

C22C 33/02

(21)Application number : 07-215758

(71)Applicant : QUEBEC METAL POWDERS LTD

(22)Date of filing : 24.08.1995

(72)Inventor : INCULET ION I  
BROWN JAMES D  
CASTLE G S PETER  
HANSEN PETER

(30)Priority

Priority number : 94 294979  
95 479464Priority date : 24.08.1994  
07.06.1995

Priority country : US

US

## (54) POWDER METALLURGY APPARATUS AND PROCESS USING ELECTROSTATIC DIE WALL LUBRICATION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a metal composite part having high final density in environmental safety by frictional-electrically charging a lubricant to a specific electric charge-mass ratio and electrostatically attracting it to the surface of a die wall.

SOLUTION: A lubricant is frictional-electrically charged to an electric charge-mass ratio higher than 0.2 . C/g, and the resultant charged lubricant is electrostatically attracted to the surface of a die wall specifying a cavity. This cavity is filled with a metal powder composition, and this metal powder composition is compacted to manufacture an unsintered green compact. Because the environmental danger due to the use of a dispersed dry lubricant containing volatile solvent can be removed and the necessity of the incorporation of internal lubricant can be obviated, the metal composite part having high final density and strength can be obtained.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.11.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 31.08.1999

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3383731

[Date of registration] 20.12.2002

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection] 11-18946[Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection] 29.11.1999

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-100203

(43) 公開日 平成8年(1996)4月16日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 3/02				
C 2 2 C 1/04	E			
33/02	Z			
			B 2 2 F 3/ 02	L
			審査請求 有	請求項の数14 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-215758

(22) 出願日 平成7年(1995)8月24日

(31) 優先権主張番号 08/294979

(32) 優先日 1994年8月24日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(31) 優先権主張番号 08/479464

(32) 優先日 1995年6月7日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 595122039

ケベック メタル パウダーズ リミテッ  
ド

カナダ国 ジェイ3アール 4アール4  
ケベック, トレイシー, ルート マリー-  
ヴィクトリン 1655番地

(72) 発明者 イオン アイ. インキュレット

カナダ国 エヌ6エイチ 3ゼット4 オ  
ンタリオ, ロンドン, ロイド マナー  
クレッセント 81番地

(74) 代理人 弁理士 平木 祐輔 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電的ダイ壁潤滑化を使用する粉末冶金装置及び方法

(57) 【要約】

【課題】 従来技術の欠点及び不利な点を克服する、粉末冶金により金属複合部材を製造するための改良された方法を提供する。

【解決手段】 金属複合部材の製造方法であって、該方法は、金属粉末組成物を、その壁表面が滑剤で静電的に被覆されたダイ中で圧縮することによるものであり、それにより金属組成物中の滑剤を排除または減少させ、より高い密度及び強度を有する金属複合材を与える。該方法はさらに、金属粉末組成物に静電電荷を与えることを含む。粉末冶金装置も提供される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 壁表面により規定されるキャビティを有するダイを用意し、  
粉末冶金に適する金属粉末組成物を選択し、  
粉末冶金に適するダイ壁滑剤を選択し、  
0.2  $\mu\text{C}/\text{q}$  より高い電荷-質量比に滑剤を摩擦電氣的に帯電させ、  
前記帯電した滑剤を前記ダイの壁表面上に静電的に引き寄せ、

ダイキャビティを金属粉末組成物で充填し、  
前記金属粉末組成物を前記ダイ中で圧縮して未焼結圧粉体を製造する、ことを含む未焼結圧粉体の製造方法。

【請求項 2】 滑剤が乾燥形態で静電的に噴霧される請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 滑剤が固体粒子として静電的に噴霧される請求項 2 記載の方法。

【請求項 4】 約 50~300  $^{\circ}\text{C}$  の温度で圧縮を行う請求項 1~3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】 滑剤が、金属ステアリン酸塩、エチレンビスステアラミド、ポリオレフィンベースの脂肪酸、ポリエチレンベースの脂肪酸、石鹼、二硫化モリブデン、グラファイト、硫化マンガン、酸化カルシウム、窒化ホウ素、ポリテトラフルオロエチレン、及び天然及び合成ワックスから選択される請求項 4 記載の方法。

【請求項 6】 滑剤を静電的に噴霧した後、ダイの極性を可逆的に帯電させることを含む請求項 5 記載の方法。

【請求項 7】 滑剤が、液体に分散した固体滑剤、油ベースの滑剤、溶媒ベースの滑剤、及び水ベースの滑剤から選択される請求項 1 記載の方法。

【請求項 8】 金属粉末組成物が、鉄、鋼、または鋼合金粉末から選択される請求項 4 記載の方法。

【請求項 9】 金属粉末組成物に滑剤が混合されていない請求項 8 記載の方法。

【請求項 10】 前記未焼結圧粉体をダイから取り出し、  
前記圧粉体を焼結して金属複合部材を製造することをさらに含む請求項 1~3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】 金属複合部材が 7.30  $\text{g}/\text{cm}^3$  より大きい密度を有する請求項 10 記載の方法。

【請求項 12】 金属複合部材が 2,000 MPa より大きい焼結強度を有する請求項 10 記載の方法。

【請求項 13】 ダイキャビティを有するダイを受容する手段、

ダイ壁潤滑物質を帯電させるための摩擦電氣的帯電手段、

摩擦電氣的に帯電した潤滑物質を前記ダイキャビティ中に噴霧するための噴霧手段、

前記ダイキャビティ中に反転電界を発生させるための手段、及び前記ダイキャビティを加熱するための手段、を

含む粉末冶金装置。

【請求項 14】 ダイキャビティを有するダイを受容する手段、

ダイ壁潤滑物質を帯電させるための摩擦電氣的帯電手段、

摩擦電氣的に帯電した潤滑物質を前記ダイキャビティ中に噴霧するための噴霧手段、

前記ダイキャビティ中に反転電界を発生させるための手段、及び粉末混合物を加熱し、加熱された粉末混合物を前記ダイキャビティに導入するための手段、を含む粉末冶金装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄粉末に係わり、特に粉末冶金を使用して金属複合部材を形成するためのそのような材料の圧縮に係わる。

【0002】

【従来の技術】粉末冶金("P/M")により金属複合部材(metal composite part)を製造するための金属粉末の圧縮においては、金属粉末をダイキャビティ中で加圧して未焼結圧粉体(green compact)を製造し、次いでこれを熱処理して金属複合部材を製造する。圧縮の間に金属粉末とダイキャビティを規定する表面の間かなりの量の摩擦が発生し、ダイ表面上の粘着磨耗と、未焼結圧粉体をダイキャビティから取り出すときの未焼結圧粉体の破壊の両方を引き起こす。このような摩擦作用を減じ、また未焼結圧粉体をダイから取り出すために必要な排出力を減じるために、金属粉末混合物に予め滑剤(lubricant)が加えられる。これは圧縮される金属粉末の部分の全体に分散されるので、一般に内部滑剤といわれる。

【0003】湿潤滑剤の使用は成功しておらず、これは湿潤滑剤が金属粉末の凝集(clumping)を促進し、それにより通常 P/M 材料に所望される良好な流動特性が失われてしまうからである。乾燥滑剤は非結合的で、流動特性に影響を及ぼさないで、成功裏に使用されている。乾燥滑剤は、典型的には、圧縮の間に使用される圧力と温度により溶融され、それにより溶融した滑剤が流動できるようになることにより機能する。しかし、何らかの内部滑剤を金属粉末配合物中に含有させることの 1 つの結果として、そのようにして製造される金属複合部材の得られる最終密度及び強度が滑剤を添加しなかったときに理論的に可能なものよりも低くなる。

【0004】金属粉末組成物中に内部滑剤を含有させないようにするこれまでの試みは、液体形態の滑剤をダイ壁に噴霧することに集中されてきた。従来、これらの滑剤としては、液体滑剤及び溶媒中に分散された乾燥滑剤の両方があった。しかし、ダイ壁に塗布された液体の供給と分布の両方が貧弱であるために、圧粉体の寸法及び形態において欠陥が発生する。さらに、分散された乾燥滑剤を使用することは、揮発性の溶媒の存在のために、

衛生上、安全上、及び環境上の多くの危険をもたらす。本発明者らは、乾燥滑剤をダイ壁に直接塗布すれば有効であろうと考えたが、そのようにするための装置及び方法は以前には存在しなかった。

【0005】

【発明が解決すべき課題】従って本発明の目的は、従来技術のある種の欠点及び不利な点を克服し、粉末冶金により金属複合部材を製造するための改良された方法を提供することである。本発明の目的は、環境的に安全な金属複合部材を製造するための方法を提供することである。

【0006】本発明のもう1つの目的は、金属粉末組成物中に内部滑剤を含有させる必要を排除する金属複合部材を製造するための方法を提供することである。本発明の別の目的は、7.30 g/cm<sup>3</sup>よりも大きい最終密度を有する金属複合部材を製造するための方法を提供することである。本発明のもう1つの目的は、乾燥または湿潤潤滑物質をダイ表面上に均一に噴霧することができる装置を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】これらの目的及びその他の目的は、乾燥または湿潤形態の滑剤を静電的に噴霧することによりその壁表面が潤滑化されたダイキャビティ内で金属粉末組成物を加圧する、粉末冶金による金属複合部材の製造のための新規な方法により達成される。この方法は、粉末冶金組成物中に内部滑剤を含有させる必要を排除し、より高い密度及び強度を有する金属複合部材を与えるものである。その上、揮発性溶媒に分散させることなく乾燥滑剤を使用することができるので、本発明は環境的に安全である。

【0008】これらの目的はさらに、湿潤または乾燥潤滑物質を噴霧するための装置を提供する本発明により達成され、該装置は、潤滑物質を噴霧するための噴霧手段、潤滑物質に電荷を与えるための帯電手段、及び粉末冶金ダイ上に配置される電極に逆電位(reversing potential)を与えるための手段を含む。この電位により、帯電した潤滑物質と粉末冶金ダイの間に起こる電氣的引力が生じる。

【0009】より具体的には、本発明は、壁表面により規定されるキャビティを有するダイを用意し、粉末冶金に適する金属粉末組成物を選択し、前記ダイの壁表面に滑剤を静電的に噴霧し、ダイキャビティを金属粉末組成物で充填し、前記金属粉末組成物を前記ダイ中で圧縮して未焼結圧粉体を製造することを含む未焼結圧粉体の製造方法を提供する。

【0010】別の態様においては、本発明は、壁表面により規定されるキャビティを有するダイを用意し、粉末冶金に適する金属粉末組成物を選択し、前記ダイの壁表面に滑剤を静電的に噴霧し、ダイキャビティを金属粉末組成物で充填し、前記金属粉末組成物を前記ダイ中で圧

縮して未焼結圧粉体を製造し、前記未焼結圧粉体をダイから取り出し、前記未焼結圧粉体を焼結して金属複合部材を製造することを含む金属複合部材の製造方法に関する。

【0011】上記の両方の態様において、ダイキャビティ及び金属粉末組成物は圧縮段階の前に700 ° F までの高温に予備加熱することができる。さらに上記の両方の態様において金属粉末組成物は、例えば摩擦電気帯電により静電的に帯電させることができる。さらに別の態様においては、本発明は、ダイキャビティを有するダイを受容する手段、潤滑物質を前記ダイキャビティ中に噴霧するための噴霧手段、潤滑物質に電荷を与えるための帯電手段、及び前記ダイキャビティに隣接して配置される電極に電位を与えるための手段、を含む粉末冶金装置に関する。

【0012】図1は、冷間及び温間ブレスの両方を使用して、本発明の滑剤を静電的に噴霧したダイ中で圧縮した、滑剤を含まない金属粉末組成物の予想圧縮率曲線、及び冷間及び温間ブレスの両方を使用して、従来のようにに固体内部滑剤を混合され、潤滑化されていないダイ中で圧縮された比較金属粉末組成物の圧縮率曲線を示す。図2は、滑剤を静電的に噴霧したダイ中での、種々の量の内部滑剤を混合した金属粉末組成物の圧縮の予想圧縮率曲線を示す。図3は、滑剤を静電的に噴霧したダイ中での、種々の量の内部滑剤を混合した金属粉末組成物の圧縮の予想未焼結強度を示す。

【0013】本発明においては、滑剤は液体または固体の形態でダイの壁表面に静電的に塗布される。より具体的には、滑剤は、細かい液体小滴または固体粒子のエアロゾルの形態で静電的に塗布される。好ましくは、液体小滴または固体粒子は100 ミクロン以下、より好ましくは50ミクロン以下、そして最も好ましくは15ミクロン以下のサイズを有する。

【0014】液体小滴または固体粒子を静電的に帯電させることにより、少なくとも部分的に導電性のダイ壁表面上に薄い潤滑コーティングを迅速にそして均一に塗布することができる。静電的に噴霧された小滴または粒子は、接近する帯電粒子により誘導される映像引力(image force)により壁表面に引き寄せられ、保持される。同じ力は、小滴または粒子の雲の空間荷電とともに、小滴または粒子が隔々にそれて行き、壁表面の全ての部分を被覆することを可能とする。先に付着した粒子上に保持される荷電は、入ってくる粒子または小滴を被覆されていない部位にそらせる傾向があるので、被覆は均一となる。

【0015】本発明に従って潤滑物質を静電的に塗布するのに適した装置は、例えば以下の部品、即ち固体または液体滑剤を噴霧するためのノズル、ノズルの下に配置されるP/M ダイを構成する基体、及び極性反転DC高電圧電源を含む。上記の装置において、滑剤はノズルから噴

霧され、摩擦荷電が付与される。このときダイは接地されているので、潤滑物質とダイとの間に電氣的引力が作用し、滑剤はP/M ダイに到達しその上に付着する。逆転可能な100V～50kVのDC電圧をダイから電氣的に分離された電極に印加し、単一極性に帯電した滑剤のダイへの誘引を促進する。

【0016】本発明に従って静電的に噴霧できる滑剤は、理想的には、付着された小滴または粒子に充分な時間荷電が保持され、ダイ壁表面への接着が確保されるように、低い導電性と充分な抵抗を有するものである。上記したように、滑剤は乾燥または湿潤形態であり得る。適する乾燥滑剤としては、金属ステアリン酸塩、例えばステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、及びステアリン酸カルシウム、エチレンビスステアラミド、ポリオレフィンベースの脂肪酸、ポリエチレンベースの脂肪酸、石鹼、二硫化モリブデン、グラファイト、硫化マンガン、酸化カルシウム、窒化ホウ素、ポリテトラフルオロエチレン、及び天然及び合成ワックスが含まれる。特に好ましいものは、エチレンビスステアラミド、例えばAcra wax(登録商標)の商品名によりLonza Corp. より市販されているものである。

【0017】適する液体滑剤としては、液体に分散した上記したような固体滑剤、油ベースの滑剤、例えば石油オイル、シリコンオイル、及び炭化水素オイル、溶媒ベースの滑剤、例えばポリグリコール及びポリフェニルエーテル、及び水ベースの滑剤、例えば石鹼及び水性ワックスエマルジョンが挙げられる。全ての固体及び液体滑剤は単一成分滑剤として使用でき、また2種以上の滑剤の混合物として使用してもよい。さらに、種々の種類の固体及び湿潤滑剤を所望される任意の組合わせで使用してもよい。

【0018】滑剤を静電的にダイの壁表面に噴霧する工程においては、固体粒子または液体小滴形態の滑剤は、好ましくはTribogun(登録商標)により提供されるノズルから放出される。固体滑剤粒子は乾燥状態で噴霧してもよく、所望の場合には任意の溶媒もしくは溶媒系中に分散して噴霧してもよい。固体滑剤粒子または液体滑剤小滴は空気中のものとして放出してもよく、また他の分散剤、例えばイソプロピルアルコール、n-ヘキサン、ブタン、Freon(登録商標) フッ素化炭化水素(E.I. Du Pont de Nemours & Co. の商標) 等中のものとして放出してもよい。空気以外の分散剤を固体滑剤粒子または液体滑剤小滴を分散するための媒体として使用する場合には、分散剤はその後に蒸発される。好ましくは、潤滑材粒子または小滴は、未焼結圧粉体を排出するのに必要な排出圧力を最小にするような厚さに静電的に噴霧される。もちろん、P/M 特性に影響を及ぼさないような範囲で、所望の排出力を得るために厚さを変化させてもよい。

【0019】本発明に使用する金属粉末組成物の種類

は、任意の従来の金属粉末組成物であってよく、限定するものではないが、鉄、鋼、あるいは鋼合金粉末が含まれる。典型的な鉄粉末は、本発明の譲受人であるTracy, Quebec, Canada のQuebec Metal Powder Limited (QMP) により製造されているAtomet(登録商標)鉄粉末である。典型的な鋼または鋼合金粉末としては、QMP により製造されているAtomet(登録商標) 1001、1001 HP、4201、4401、及び4601が挙げられる。金属粉末は一般的には約300 ミクロン未満、好ましくは約212 ミクロン未満の最大粒子サイズを有する。金属粉末は、例えば米国特許第3,846,126号、第3,988,524号、第4,062,678号、第4,834,800号及び第5,069,714号に開示されているような適当なバインダーにより結合されていてもよい。これらの開示内容は参考としてここに組み入れる。当業者は、容易に代替的なあるいは等価の金属粉末を見つけることができるであろう。

【0020】好ましくは、滑剤は例えば摩擦電気帯電により静電的に帯電される。滑剤は、組成物をコイル状のTeflonチューブを通して空気バフ上を通過させることによりそのように帯電させることができる。摩擦電気により帯電された滑剤の電荷-質量比(charge-to-mass ratio)は0.2  $\mu\text{C/g}$  以上、一般には0.6  $\mu\text{C/g}$  より高くなければならず、約1.2  $\mu\text{C/g}$  より高い電荷-質量比が好ましい。もちろん、電荷-質量比の極性は、選択した物質により変化し得る。帯電した滑剤の全電荷は電位計により測定することができる。(電荷-質量比は、二重ファラデーベールに帯電滑剤を集めることにより測定することができる。帯電した組成物の質量は、ファラデーベールに集めた全ての粉末を注意深く取り除き、標準的な秤により1mgの感度で秤量することにより容易に測定できる。)

金属粉末組成物は、任意の所望の形状のダイ4中で圧縮する。本発明の別の態様においては、温間プレスと任意の配置を含むようにダイを適合させて、所要の形態に近い圧縮を行い、ダイキャピティからの排出を容易にすることができる。

【0021】圧縮は温間プレス及び冷間プレスを含む任意の方法により行うことができる。一般的には、温間プレスは約30～60 tsi(トン/平方インチ)の圧力及び約50～300 °Cの温度において行うことができ、冷間プレスは約15～60 tsiの圧力及び約15～50°Cの温度において行うことができる。未焼結圧粉体をダイキャピティから排出させた後、それを焼結して金属複合部材を製造する。本発明によれば、任意の従来の焼結方法を使用して金属複合部材を製造することができる。好ましくは、焼結は1000～1300°Cの温度において、10～60分間行う。未焼結圧粉体は好ましくは全ての内部滑剤を排除するので、焼結には誘導加熱を使用することができる。その場合、予備焼結を省略することができる。

【0022】もちろん、本発明は任意のP/M方法におけ

る使用にも適しており、例えば、米国特許第5,069,714号に開示されたもののような有機結合方法、1993年5月26日出願の、同じ譲受人に譲渡された同時係属中の米国特許出願第08/067,282号に開示されたもののような二重プレス二重焼結方法、1993年5月14日出願の、同じ譲受人に譲渡された同時係属中の米国特許出願第08/060,965号に開示されたもののような軟複合鉄材料を製造するための方法等が挙げられる。本発明により製造される金属複合部材は、所望により、7.30 g/cm<sup>3</sup>より高い最終密度及び/または2000 MPaより高い焼結強度を達成し得る。10 プレス組成物が、(ダイ壁潤滑化の不在下で従来から通常使用されている0.75重量%に対比して)0.1~0.4重量%、好ましくは0.2~0.3重量%のオーダーの少量の内部滑剤を含む場合、本発明により特に高い未焼結体の密度が得られる。

#### 【0023】

【実施例】以下、本発明の方法を下記の実施例により説明する。

#### 実施例1

壁表面を有する長方形(TRS)のダイに、Acrawax(登録商\*20

\*標)粒子を圧縮空気によりTriboqun中に吹き込むことにより、固体Acrawax(登録商標)滑剤を静電的に噴霧する。次に帯電粒子をダイ壁表面上に噴霧する。その後ダイを80℃の温度に加熱し、Atomet(登録商標)4401 + 1.0% Cu + 2.2% Ni + 0.7% Cの金属粉末組成物を充填する。次に、ダイ温度を250℃に維持しながら、30、40、50及び60 tsiの圧力で、ダイ中で金属粉末組成物を圧縮する。予測圧縮率曲線を図1に示す。前記金属粉末組成物を単に50 tsiで圧縮して別の未焼結圧粉体を製造する。このようにして製造された圧粉体をダイから排出させ、1120℃の温度で25分間焼結する。予測される圧縮物の未焼結及び焼結特性を表1に示す。

#### 【0024】比較例1

金属粉末組成物中に0.5%ステアリン酸亜鉛固体滑剤を混合したこと、ダイに滑剤を静電的に噴霧しなかったことを除いて、実施例1に記載した方法を行った。圧縮率曲線を図1に示し、50 tsiにおける圧縮物の未焼結及び焼結特性を表1に示す。

#### 【0025】

#### 【表1】

表1

	静電的に噴霧されたダイ壁	0.5% ZnSt を混合
圧縮圧力、tsi	50	50
未焼結強度、psi	7900	4400
最終密度、g/cm <sup>3</sup>	7.32	7.30
硬度、HRC	31	34
寸法変化(未焼結体寸法に対する%)	+0.15	-0.02
焼結強度、MPa	2,250	1,810

表1を参照すると、グラファイトを静電的に噴霧したダイ中で金属粉末組成物を圧縮することにより製造した、圧粉体の未焼結強度及び金属複合部材の焼結強度は両方とも、0.5%ステアリン酸亜鉛を混合した金属組成物を滑剤を静電的に噴霧していないダイ中で圧縮して製造されたものよりもかなり高くなる。さらに最終密度は、グラファイトを静電的に噴霧したダイ中で圧縮することにより製造した金属複合部材が高くなる。

#### 【0026】実施例2

壁表面を有する長方形のダイに、Acrawax 粒子を圧縮空気によりグラファイト粒子が直流により帯電されるTriboqun中に吹き込むことにより、Acrawax 滑剤を静電的に噴霧する。次に帯電粒子をダイ壁表面上に噴霧し、Atomet(登録商標)1001の金属粉末組成物を潤滑化ダイ中に充填する。次に、30 tsi、40 tsi、及び50 tsiの圧力で、ダイ中で金属粉末組成物を冷間プレスする。予測圧縮率曲線を図1に示す。

#### 【0027】比較例2

金属粉末組成物中に0.4%ステアリン酸亜鉛固体滑剤を添

加し、ダイに滑剤を静電的に噴霧しなかったこと以外は実施例2に記載した方法を行った。得られた圧縮率曲線を図1に示す。図1を参照すると、Acrawax 滑剤を静電的に噴霧したダイ中で金属粉末組成物を温間プレスすることにより製造された未焼結圧粉体は約7.0~約7.5 g/cm<sup>3</sup>の範囲の未焼結密度を有し、これは滑剤を静電的に噴霧していないダイ中で0.5%のステアリン酸亜鉛を混合した金属粉末組成物を温間プレスすることにより製造された未焼結圧粉体により得られる約6.9~約7.4 g/cm<sup>3</sup>の範囲の未焼結密度よりも高い。

【0028】なお、図1を参照すると、Acrawax 滑剤を静電的に噴霧したダイ中で金属粉末組成物を冷間プレスすることにより製造された未焼結圧粉体は、30及び40 tsiで、滑剤を静電的に噴霧していないダイ中で0.4%のステアリン酸亜鉛を混合した金属粉末組成物を冷間プレスすることにより製造された未焼結圧粉体により低い未焼結密度を有する。しかし、50 tsiにおいては両方の未焼結密度は実質的に同じである。

#### 【0029】実施例3

Atomet (登録商標)1001 の金属粉末組成物を、0.0、0.2 及び 0.4% Acrawax (登録商標) C エチレンビスステアラミドワックスと別々に混合し、その壁表面にステアリン酸亜鉛を予め静電的に噴霧したダイ中で種々の圧力において冷間プレスする。予測圧縮率及び未焼結強度曲線を図 2 及び図 3 にそれぞれ示す。図 2 及び 3 は、圧縮の前に金属粉末組成物中に固体滑剤を含有させることの予測される効果を示している。図 2 は、金属粉末組成物中に固体滑剤を含有させることは、40 より高い tsi においては圧粉体の未焼結密度に殆ど影響しないことを示している。金属粉末組成物から滑剤を排除することの予測された利点は図 3 により明らかに示されており、これは Acrawax (登録商標) C を含まない金属粉末組成物を圧縮して製造される圧粉体の未焼結強度が、0.2 及び 0.4% Acrawax C を混合された金属粉末組成物の未焼結強度よりも実質的に高くなることを示している。

#### 【0030】比較例 3

種々の粉末滑剤 (具体的には、グラファイト、窒化ホウ素、Acrawax (登録商標) C 及びステアリン酸リチウム) を、コイルにした 80 cm Teflon (登録商標) チューブに手作業で入れ、約 75 kPa の圧力の空気の噴出しによりチューブを通すことにより摩擦電氣的に帯電させた。

\* 【0031】2つのアルミニウムシリンダーとアクリル基体からなり、基体が2つのシリンダーを1.3 cmの一定の距離に保持するようにされた試験ダイに滑剤を塗布した。シリンダーはアクリル基体の上に3.5 cm伸びており、断面で1.3 cm及び3.5 cmの環状キャビティを形成している。キャビティの外側直径は12 cmであった。試験ダイの約10 cm上のTeflon (登録商標) チューブから帯電滑剤が放出されるようにしたが、均一に付着しないか、あるいはダイキャビティの壁上に適当な量で付着しなかった。

【0032】それぞれの滑剤についての電荷-質量比を、全電荷をファラデーセルに集められた粉末の質量で割ることにより計算した。グラファイト及び窒化ホウ素粉末の場合、極性におけるいくつかの変化により結果は不規則なものであった。Acrawax (登録商標) 及びステアリン酸リチウム粉末は両方とも正に帯電した。表 2 は、Acrawax (登録商標) またはステアリン酸リチウムのそれぞれの5つの試料について測定された電荷-質量比、及びそれぞれの5つの試料の平均電荷-質量比を示す。

#### 【0033】

【表 2】

表 2

試料	Acrawax (登録商標), $\mu\text{C/g}$	ステアリン酸リチウム, $\mu\text{C/g}$
1	(+)2.32	(+)1.50
2	(+)1.89	(+)0.69
3	(+)2.52	(+)1.05
4	(+)2.25	(+)2.40
5	(+)2.42	(+)1.40
平均	(+)2.28	(+)1.41

#### 【0034】実施例 4

比較例 3 の混合組成物の付着をさらに促進するため、環状電極をダイの外側の周りに置いた。電極に電位を印加し、摩擦電氣的に帯電した滑剤の噴出しを上記したようにダイ中に付着させた。帯電した滑剤のダイ中の付着は非常に急速に生じ、ダイの1つの表面上に帯電した滑剤の厚い均一な層が得られた。電極の正の極性により、帯電した滑剤はダイの内側環の外側表面にのみ付着し、逆の極性では、帯電した滑剤はダイの外側環の内側表面にのみ付着した。本発明を特定の好ましい態様を参照して説明したが、本発明は本明細書中に記載した具体的なものに限定されるものではないことは理解されるであろう。当業者は、本発明の概念及び範囲内の多数の変形及

び改変を容易に理解できるであろうし、そのような変形及び改変の全ては、特許請求の範囲に定義された本発明に包含されることを意図するものである。

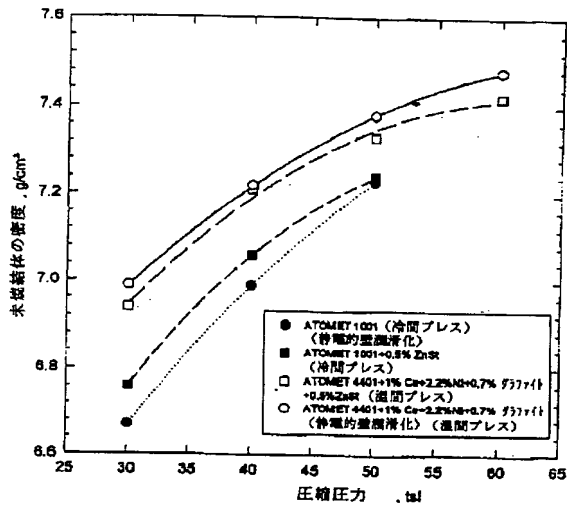
#### 【図面の簡単な説明】

【図 1】 図 1 は、滑剤を含まない金属粉末組成物の予想圧縮率曲線、及び潤滑化されていないダイ中で圧縮された比較金属粉末組成物の圧縮率曲線を示す。

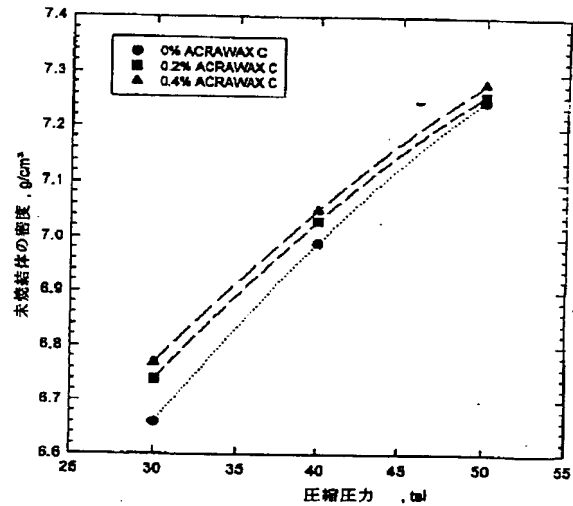
【図 2】 図 2 は、滑剤を静電的に噴霧したダイ中で、種々の量の内部滑剤を混合した金属粉末組成物の圧縮の予想圧縮率曲線を示す。

【図 3】 図 3 は、滑剤を静電的に噴霧したダイ中で、種々の量の内部滑剤を混合した金属粉末組成物の圧縮の予想未焼結強度を示す。

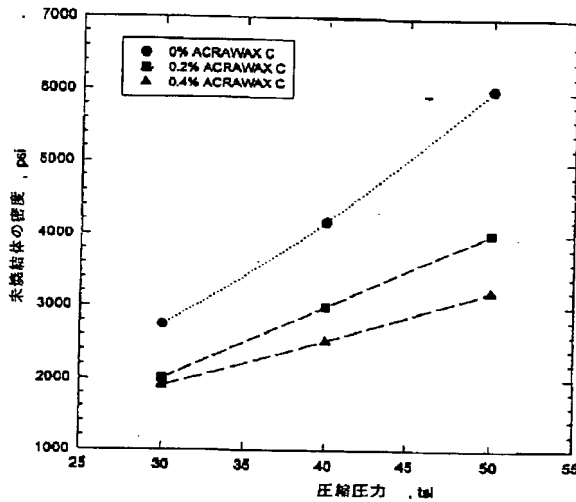
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 ジェームズ ディー・ブラウン  
カナダ国 エヌ5エックス 1 ビー7 オ  
ンタリオ, ロンドン, カムバーランド  
クレセント 95番地

(72)発明者 ジー・エス・ピーター キャッスル  
カナダ国 エヌ6ジー 1エックス6 オ  
ンタリオ, ロンドン, プレントウッド  
ブレイス 6番地

(72)発明者 ビーター ハンセン  
アメリカ合衆国 54935 ウィスコンシン  
州, フォンド・デュ・ラク, ニュー  
ヘイブン 1026番地